บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์และวิธีการ

3.1 สารเคมี

3.1.1 สารเคมีสำหรับเตรียมน้ำยางธรรมชาติอีพอกไซด์

- น้ำยางข้นชนิดแอมโมเนียสูง
  (HA Latex, บริษัทไทยรับเบอร์ลาเท็กซ์กรุ๊ป จำกัด)
- ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์, H_2O_2 (50%, Commercial Grade, Peroxythai)
- กรดฟอร์มิก, CHOOH (98-100%, Merck)
- เมทานอล, CH_3OH (99.9%, Lab-Scan)
- Teric N30

3.1.2 สารเคมีสำหรับเตรียมกาวยาง

- โปแตสเซียมไฮดรอกไซด์, KOH (85%, A.R.Grade, Lab-Scan)
- ซิงค์ออกไซด์, ZnO (50%, Lucky Four Co.,Ltd.)
- กำมะถัน, S (50%, Lucky Four Co.,Ltd.)
- แซดดีอีซี, ZDEC (50%, Lucky Four Co.,Ltd.)
- วิงสเตย์ แอล (50%, Lucky Four Co.,Ltd.)
- ไททาเนียมไดออกไซด์, TiO_2 (50%, Lucky Four Co.,Ltd.)
- Potassium oleate (10%, Lucky Four Co.,Ltd.)
- Carboxylmethylcellulose Sodium salt, CMC
  (1,500-4,500 mPa.s, Fluka)
- Salicylic acid

3.1.3 สารเคมีสำหรับเตรียมสารเพิ่มการยึดติด

- แป้งข้าวเหนียว (ชนิดโม่น้ำ ตราช้างทะเล)
- คิวมาโรน อินดีน เรซิน
- โทลูอีน (99.5%, A.R.Grade, Lab-Scan)
- กรดโอเลอิก
- พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol, PVA)

3.2 อุปกรณ์

3.2.1 ปฏิกรณ์ (Reactor) เป็นอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมน้ำยางธรรมชาติอีพอก-ไซด์ แสดงดังภาพประกอบที่ 23 ประกอบด้วย

- ขวดแก้วขนาดความจุ 5 ลิตร สำหรับทำปฏิกิริยา
- ชุดใบพัดกวนต่อเข้ากับมอเตอร์
- อ่างน้ำร้อน (Water bath) สำหรับความคุมอุณหภูมิ สามารถปรับอุณหภูมิในอ่างน้ำได้สูงสุด 110 องศาเซลเซียส

ภาพประกอบที่ 23 แสดงชุดอุปกรณ์สำหรับเตรียมน้ำยางธรรมชาติอีพอกไซด์

3.2.2 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared spectrophotometer, FT-IR)

ยี่ห้อ Bruker รุ่น EQUINOX55 ใช้ศึกษาโครงสร้างทางเคมีของสาร โดยอาศัยรังสีแม่เหล็กไฟฟ้าในช่วงอินฟราเรดที่ความยาวคลื่น 0.8-200 ไมโครเมตร หรือรังสีที่มีเลขคลื่น 12,500-50 cm^{-1} ลักษณะของเครื่องแสดงดังภาพประกอบที่ 24

ภาพประกอบที่ 24 แสดงเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปคโตรโฟโตมิเตอร์

3.2.3 เครื่องดิฟเฟอร์เรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter, DSC)

ใช้ศึกษาสมบัติด้านความร้อนของสาร ซึ่งสามารถลดอุณหภูมิให้ต่ำลง เพื่อหาค่าอุณหภูมิคล้ายแก้ว (Glass transition temperature, Tg) โดยใช้ไนโตรเจนเหลว ลักษณะของเครื่องแสดงดังภาพประกอบที่ 25

ภาพประกอบที่ 25 แสดงเครื่องดิฟเฟอร์เรนเชียลสแกนนิ่งแคลลอริมิเตอร์

3.2.4 เครื่องทดสอบสมบัติด้านการดึง (Universal testing machine)

ยี่ห้อ LLOYD รุ่น LR 30 K หัวจับทดสอบแรงดึงแบบ Parallel wedge grip TG.28 (30 KN) ลักษณะของเครื่องแสดงดังภาพประกอบที่ 26

ภาพประกอบที่ 26 แสดงเครื่องทดสอบสมบัติด้านการดึง

3.2.5 ตู้อบอากาศร้อน (Hot air oven)

ยี่ห้อ EYELA รุ่น NDO-600 N สามารถปรับอุณหภูมิการใช้งานได้สูงสุด 250 องศาเซลเซียส

3.2.6 เครื่องชั่งไฟฟ้า (Electrical balance)

ยี่ห้อ METTLER รุ่น TOLEDO ชั่งได้ละเอียด 0.01 กรัม สามารถรับน้ำหนักได้สูงสุด 5,000 กรัม

3.2.7 เครื่องวัดความหนืด อาร์ วี บรูกฟิลด์ (RV Brook-field viscometer)

รุ่น LVT สามารถใช้ความเร็วในการหมุนได้สูงสุดที่ 60 รอบต่อนาที ลักษณะของเครื่องแสดงดังภาพประกอบที่ 27

ภาพประกอบที่ 27 แสดงเครื่องวัดความหนืด อาร์ วี บรูกฟิลด์

3.2.8 เครื่องหมุนเหวี่ยงแบบควบคุมอุณหภูมิ (Centrifuging refrigerated)

ยี่ห้อ SORVALL รุ่น RC 5B plus สามารถปรับอุณหภูมิการใช้งานได้ในช่วง -20 ถึง 40 องศาเซลเซียส ความเร็วรอบในการหมุนสูงสุดที่ 25,000 รอบต่อนาที ลักษณะของเครื่องแสดงดังภาพประกอบที่ 28

ภาพประกอบที่ 28 แสดงเครื่องหมุนเหวี่ยง

3.2.9 เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH-meter)

ยี่ห้อ ORION รุ่น 420A

3.3 วิธีการวิจัย

3.3.1 การเตรียมน้ำยางธรรมชาติอีพอกไซด์จากปฏิกิริยาอีพอกซิเดชัน [10]

การเตรียมน้ำยางธรรมชาติอีพอกไซด์ โดยใช้สารเคมีตามอัตราส่วนที่แสดงดังตาราง ที่ 8 นำน้ำยางข้นชนิดแอมโมเนียสูงมาเจือจางปริมาณเนื้อยางแห้ง (Dry Rubber Content, DRC) เป็น 20 %โดยน้ำหนัก แล้วเติมลงในปฏิกรณ์ที่มีเครื่องกวน ปรับอุณหภูมิให้ได้ 50 องศาเซลเซียส แล้วเติมสบู่ Teric N30 เข้มข้น 10% โดยน้ำหนัก เพื่อป้องกันไม่ให้น้ำยางจับตัว กวนให้เข้ากันประมาณ 20 นาที เติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์และกรดฟอร์มิกแล้วปล่อยให้เกิดปฏิกิริยา 9 ชั่วโมง เก็บตัวอย่างประมาณ 10 มิลลิลิตร เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณหมู่อีพอกไซด์ด้วยเครื่องอินฟราเรด สเปคโตรโฟโตมิเตอร์ (FT-IR) และค่าอุณหภูมิคล้ายแก้วด้วยเครื่องดิฟเฟอร์เรนเชียลสแกนนิ่ง แคลอริมิเตอร์ โดยนำตัวอย่างที่ได้ไปจับตัวด้วยเมทานอล รีดให้เป็นแผ่นบางๆ ล้างด้วยน้ำ หลายๆ ครั้ง หลังจากนั้นนำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 36 ชั่วโมง

นำน้ำยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่ได้ไปปั่นโดยเครื่องหมุนเหวี่ยงที่อุณหภูมิ 2 องศาเซลเซียส ความเร็ว 7,000 - 8,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 15 นาทีเพื่อปรับค่า DRC ให้เป็น 60% โดยน้ำหนัก ก่อนที่จะนำไปทำกาว

ตารางที่ 8 แสดงอัตราส่วนของสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง [10]

สารเคมี	ปริมาณที่ใช้ (กรัม)
Latex, dry weight	115.6
Hydrogen peroxide	797
Formic acid	174
Teric N30	50

3.3.2 การวิเคราะห์สมบัติของน้ำยางธรรมชาติอีพอกไซด์

3.3.2.1 การวิเคราะห์ปริมาณหมู่อีพอกไซด์

นำตัวอย่างน้ำยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่แห้งประมาณ 2 กรัม มาตัดเป็นชิ้นเล็กๆ แล้วละลายในคลอโรฟอร์มในหลอดทดลองขนาดกลาง ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 1 คืน หรือจนยางเกิดลักษณะเจล หลังจากนั้นนำเจลที่ได้ไปทาเป็นแผ่นฟิล์มบางๆบนเซลล์โพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) นำไปอบที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส จนกระทั่งตัวทำละลายระเหยหมด จึงนำไปวิเคราะห์หาปริมาณหมู่อีพอกไซด์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ (FT-IR) และเทคนิคแมกนีติกเรโซแนนซ์สเปคโตรสโคปี (1H-NMR)

3.3.2.2 การวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อน

นำตัวอย่างน้ำยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่แห้งแล้วประมาณ 10 มิลลิกรัม บรรจุลงในเซลล์อลูมิเนียม แล้วนำไปวางในตำแหน่งวางเซลล์ของเครื่องดิฟเฟอร์เรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (DSC) ทำการทดลองภายใต้สภาวะบรรยากาศไนโตรเจน โดยใช้ไนโตรเจนเหลวเป็นสารหล่อเย็น เพื่อลดอุณหภูมิของตัวอย่างลงจนมีอุณหภูมิต่ำกว่าค่าอุณหภูมิคล้ายแก้วของยางธรรมชาติ คงที่ที่อุณหภูมินั้นไว้ 10 นาที ให้ความร้อนแก่ตัวอย่างยางด้วยอัตราคงที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที บันทึกค่าอุณหภูมิคล้ายแก้วของยางตัวอย่างที่ได้

3.3.3 การเตรียมสารเคมีสำหรับกาว

วิงสเตย์ แอล 50% โดยน้ำหนัก

ไททาเนียมไดออกไซด์ 50% โดยน้ำหนัก

ซิงค์ออกไซด์ 50% โดยน้ำหนัก

แซดดีอีซี 50% โดยน้ำหนัก

กำมะถัน 50% โดยน้ำหนัก

สารเคมีที่ใช้ผสมกับกาวยางจะใช้ในรูปของดิสเพิสชันโดยสารเคมีที่ใช้ 50 กรัมต่อน้ำ 48 กรัมต่อสารช่วยในการกระจาย 2 กรัม นำไปบดย่อยด้วยเครื่องบอลมิลเป็นเวลา 48 ชั่วโมง ยกเว้นกำมะถันที่ต้องบดย่อยเป็นเวลา 72 ชั่วโมง

3.3.4 การเตรียมสารเพิ่มการยึดติด

1. คิวมาโรนอิมัลชัน (Coumarone emulsion)

เตรียมในรูปอิมัลชันแสดงดังภาพประกอบที่ 29 โดยการเตรียมคิวมาโรนอิมัลชันประกอบด้วย 4 ขั้นตอน ดังนี้

ขั้นตอนที่ 1

ละลายคิวมาโรน อินดีน เรซินปริมาณ 40 กรัม ในโทลูอีน 43 กรัม ที่อุณหภูมิห้อง อุ่นในอ่างน้ำร้อนที่ 75 องศาเซลเซียส 25 นาที เติมกรดโอเลอิก 1.4 กรัม โดยกวนตลอดเวลาจะได้สารเคมีส่วนที่ 1 มีสีน้ำตาลใสและเหลว

ขั้นตอนที่ 2

ละลายโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 0.34 กรัม ในน้ำปริมาณ 1.02 กรัม แล้วกวนให้เข้ากันจะได้สารเคมีส่วนที่ 2

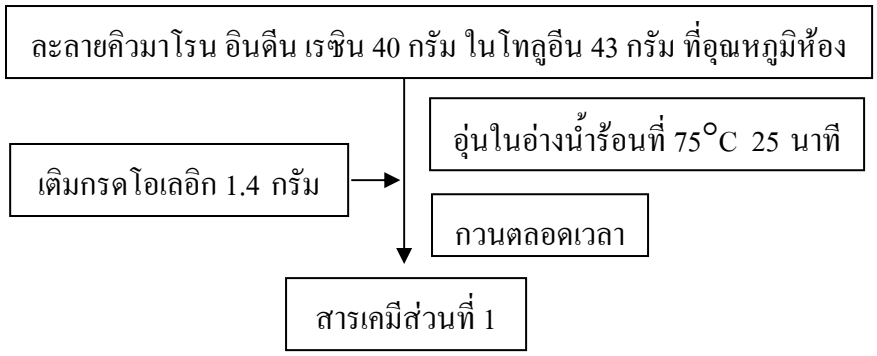
ขั้นตอนที่ 3

ละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (MW 93,000 g/mole) ปริมาณ 12 กรัม ในน้ำปริมาณ 86 กรัม ให้ความร้อนแล้วกวนให้เข้ากันจนละลายจะได้สารเคมีส่วนที่ 3

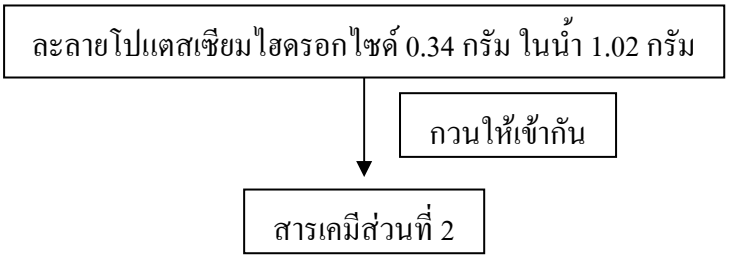
ขั้นตอนที่ 4

เตรียมสารเพิ่มการยึดติดในรูปอิมัลชันที่ 75 องศาเซลเซียส โดยนำสารเคมีส่วนที่ 2 หยดผสมกับสารเคมีส่วนที่ 1 อย่างช้าๆ สารที่ได้จะเริ่มข้นขึ้น ระหว่างผสมต้องกวนอย่างแรงตลอดเวลา หลังจากนั้นผสมสารเคมีส่วนที่ 3 จะได้คิวมาโรนอิมัลชัน

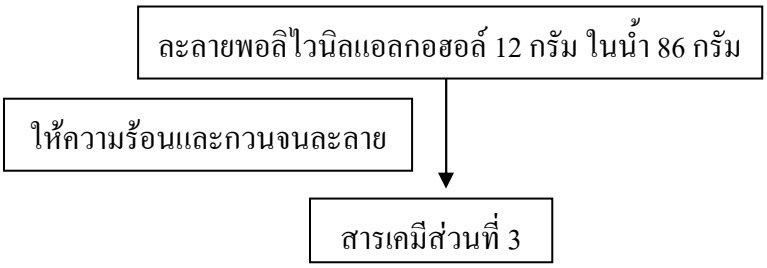
ขั้นตอนที่ 1



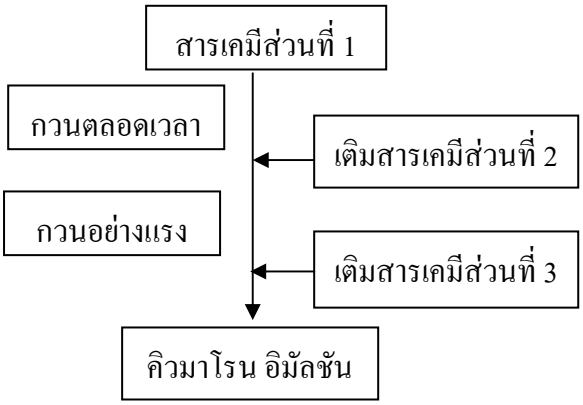
ขั้นตอนที่ 2



ขั้นตอนที่ 3



ขั้นตอนที่ 4



ภาพประกอบที่ 29 แสดงวิธีการเตรียมคิวมาโรนอิมัลชัน

2. แป้งข้าวเหนียวเจลลาติไนซ์

เตรียมแป้งข้าวเหนียวเจลลาติไนซ์ 5, 10 และ 15% โดยน้ำหนัก

ตัวอย่างการเตรียมแป้งข้าวเหนียวเจลลาติไนซ์ 5% โดยน้ำหนัก ผสมแป้งข้าว-เหนียว 5 กรัม กับน้ำกลั่น 95 กรัม ในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร กวนผสมบนเครื่องให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที

3.3.5 การเตรียมกาวยาง

ในส่วนการศึกษาเบื้องต้นได้ใช้กาวยางสูตรพื้นฐานตามสูตรอ้างอิงการผลิตกาวยางจากน้ำยางเพื่อใช้ในงานทั่วไป [18] แสดงดังตารางที่ 9 โดยเลือกใช้เปอร์เซ็นต์โมลอีพอกไซด์ของน้ำยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่เหมาะสมเพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นสำหรับเตรียมกาวยาง และทำการศึกษาปริมาณของสารเพิ่มการยึดติดที่มีผลต่อสมบัติของกาวจากน้ำยางธรรมชาติอีพอกไซด์ เมื่อได้สัดส่วนของสารเพิ่มการยึดติดที่เหมาะสมได้มีการปรับปรุงกาวยางสูตรพื้นฐาน โดยใช้ชื่อว่ากาวยางสูตรปรับปรุงแสดงดังตารางที่ 10 โดยมีการเติม Carboxy methyl cellulose (CMC) 5% โดยน้ำหนัก เพื่อเพิ่มความหนืดของกาว Potassium oleate 10% โดยน้ำหนัก เพื่อเพิ่มความเสถียรและ Salicylic acid 15% โดยน้ำหนัก สำหรับการป้องกันเชื้อรา

ตารางที่ 9 แสดงอัตราส่วนของสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมกาวยางสูตรพื้นฐาน [18]

สารเคมี	น้ำหนักแห้ง (phr)
60% น้ำยางธรรมชาติอีพอกไซด์	100
10% โปแตสเซียมไฮดรอกไซด์	0.5
50% วิงสเตย์ แอล	1.5
50% ไททาเนียมไดออกไซด์	1.5
50% ซิงค์ออกไซด์	2
50% แซดดีอีซี	1
50% กำมะถัน	2
สารเพิ่มการยึดติด ได้แก่ แป้งข้าวเหนียวเจลลาติไนซ์ และคิวมาโรน อิมัลชัน	อัตราส่วนต่างๆ

หมายเหตุ % คือ % โดยน้ำหนัก

ตารางที่ 10 แสดงอัตราส่วนของสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมกาวยางสูตรปรับปรุง

สารเคมี	น้ำหนักแห้ง (phr)
60% น้ำยางธรรมชาติอีพอกไซด์	100
10% โปแตสเซียมไฮดรอกไซด์	0.5
50% วิงสเตย์ แอล	1.5
50% ไททาเนียมไดออกไซด์	1.5
50% ซิงค์ออกไซด์	2
50% แซดดีอีซี	1
50% กำมะถัน	2
5% CMC	3
10% Potassium oleate	3
15% Salicylic acid	0.3
สารเพิ่มการยึดติด ได้แก่ แป้งข้าวเหนียวเจลลาติไนซ์ และคิวมาโรนอิมัลชัน	อัตราส่วนต่างๆ

หมายเหตุ % คือ % โดยน้ำหนัก

3.3.6 การทดสอบสมบัติของกาวยางตามมาตรฐานต่างๆ

(รายละเอียดในบทที่ 2 หัวข้อ 3.5)

- ทดสอบสมบัติของกาวตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมกาวยาง (มอก.521-2527) ได้แก่

1. การหาปริมาณเนื้อกาว
2. ความหนาแน่น
3. การหาความหนืด

- ทดสอบสมบัติของกาวตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมกาวโพลีไวนิลอะซิเทตอิมัลชัน (มอก.181-2530) ได้แก่ ความเป็นกรด-ด่าง

- ทดสอบความต้านแรงลอก (Cleavage peel strength)
(ASTM D3807) ใช้ชิ้นทดสอบจำนวน 5 ชิ้นต่อหนึ่งตัวอย่าง

- ทดสอบความต้านแรงเฉือน (Shear strength)
(ASTM D2339) ใช้ชิ้นทดสอบจำนวน 10 ชิ้นต่อหนึ่งตัวอย่าง

- ทดสอบความแข็งแรงของรอยต่อแบบนิ้วมือประสาน (ทำการทดสอบเฉพาะกาวสูตรผสมสารเพิ่มการยึดติดที่ให้ค่าความต้านแรงเฉือนสูงสุด)

1. การดึงขนานเสี้ยน (Tension parallel to grain)

(AITC Test 106. 1967) ใช้ชิ้นทดสอบจำนวน 10 ชิ้นต่อหนึ่งตัวอย่าง

2. การดัดสถิตย์ (Static bending)

(ASTM 1989a) ใช้ชิ้นทดสอบจำนวน 10 ชิ้นต่อหนึ่งตัวอย่าง